Normalisation Internationale des fruits et légumes

International standardisation of fruit and vegetables

Orientation pour la réalisation des tests objectifs visant à déterminer la qualité interne des fruits et légumes frais et secs et séchés

Guidance on Objective Tests to Determine Quality of Fruits and Vegetables and Dry and Dried Produce

ORGANISATION FOR ECONOMIC CO-OPERATION AND DEVELOPMENT
ORGANISATION DE COOPERATION ET DE DEVELOPPEMENT ECONOMIQUES

© OECD 2005

ORIENTATION DOUR LA RÉALISATION DES TESTS OBJECTIFS VISANT À DÉTERMINER LA QUALITÉ INTERNE DES FRUITS ET LÉGUMES FRAIS ET SECS ET SÉCHÉS

Au cours de ces dernières années, on a pris de plus en plus conscience de la nécessité de fournir au consommateur des fruits ayant atteint un degré de maturité satisfaisant et présentant les caractéristiques organoleptiques spécifiques du produit et de la variété concernés.

Dans le cadre du Régime, la qualité interne d'un fruit est le "degré de développement suffisamment élevé, mesuré selon des critères objectifs, atteint par une marchandise de telle sorte que sa qualité, après la récolte et la manipulation postérieure à la récolte (y compris, si nécessaire, la maturation), présente le niveau de maturité minimum acceptable par le consommateur final".

Ce document décrit les méthodes de détermination objective des degrés de maturité et de qualité acceptables semblant convenir aussi bien aux services de contrôle qu'au secteur de la production fruitière en général.

TABLE DES MATIÈRES

PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS 4

DÉTERMINATION DE LA MATIÈRE SÈCHE SOLUBLE TOTALE (SUCRES) (MSST) PAR LE RÉFRACTOMÈTRE 5

DÉTERMINATION DE LA FERMETÉ D'UN FRUIT PAR LE PÉNÉTROMÈTRE……10

DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ D'UN FRUIT PAR TITRAGE ET CALCUL DU RAPPORT SUCRES/ACIDITÉ 13

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN JUS 18

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN MATIÈRE SÈCHE PAR LA MÉTHODE DE LABORATOIRE DE RÉFÉRENCE OU PAR LA MÉTHODE RAPIDE UTILISANT UN FOUR À MICRO-ONDES 20

DÉTERMINATION DE LA MATIÈRE SÈCHE SOLUBLE TOTALE PAR SPECTROSCOPIE EN LUMIÈRE VISIBLE (VIS) ET DANS LE PROCHE INFRAFROUGE (NIR) 24

DÉTERMINATION DU CONTENU EN AMIDON DES POMMES ET POIRES PAR L'UTILISATION D'UNE SOLUTION D'IODE 25

DÉTERMINATION DE LA COULEUR DE L'ÉPIDERME À L'AIDE D'ÉCHELLES COLOROMÉTRIQUES 29

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU DES FRUITS SÉCHÉS 29

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU DES FRUITS SECS 33

LISTE DE NORMES AVEC DES PARAMÈTRES MINIMUM/MAXIMUM SPÉCIFIQUES : 38

PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS

Le prélèvement de l'échantillon doit se faire conformément aux "CADRE OPÉRATIONNEL POUR LE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ DES PRODUITS EXPORTÉS SELON LE "RÉGIME" (publié dans le document C(99)10/FINAL – Annexe II telle que modifiée)

Le contrôle de la qualité s'effectue par évaluation de l'échantillon global prélevé au hasard en différents points sur les lots à contrôler. Le principe est admis que la qualité de l'échantillon global est présumée représentative de la qualité du lot..

DÉTERMINATION DE LA MATIÈRE SÈCHE SOLUBLE TOTALE (SUCRES) (MSST) PAR LE RÉFRACTOMÈTRE

Durant le développement de la pulpe d'un fruit, dans de nombreuses espèces, des éléments nutritifs tels que l'amidon se forment, celui-ci se transformant en sucres lors du processus de maturation. La progression du processus de maturation entraîne une augmentation des niveaux de sucre.

Ce document décrit un test objectif de détermination du contenu total en matière sèche soluble (sucres) dans un fruit au moyen du réfractomètre. Cette méthode est particulièrement adaptée aux fruits mûrs et juteux qui contiennent un taux significatif de sucre, dans la mesure où la détermination de la MSST est basée sur la capacité des sucres d'un jus à faire dévier la lumière.

Équipement

Un réfractomètre mesure la MSST par un pourcentage Brix en graduations de 0,1 pour cent. Il existe des réfractomètres portables et des réfractomètres fonctionnant sur piles ou sur secteur. Tous les modèles appliquent les mêmes principes. Cependant, les instructions du fabricant doivent toujours être suivies.

Certains réfractomètres compensent automatiquement les changements de température alors que d'autres peuvent être étalonnés pour une lecture précise à une température fixe (généralement 20°C). Pour obtenir des valeurs exactes à des températures autres que 20°C, se reporter à la table internationale de corrections des températures (1974), qui est généralement fournie avec l'instrument, ou bien à la norme ISO 2173 - (édition 2003).

➪ MODELE PORTABLE
équipé pour la correction des températures [1]

➧ MODÈLE À AFFICHAGE NUMÉRIQUE PAR CRISTAUX LIQUIDES[1]

En principe, les réfractomètres n'ont pas besoin d'être ré-étalonnés. Cependant, les instructions de calibrage qui suivent peuvent se révéler utiles.[2] En cas de doute sur la précision des valeurs indiquées, il est absolument nécessaire de se reporter au mode d'emploi du fabricant.

[1] Ces appareils de mesure ne sont présentés qu'à titre indicatif et n'indiquent aucune recommandation de l'OCDE quant à l'utilisation d'une marque spécifique.

Utilisation du réfractomètre

Selon l'objectif poursuivi par l'analyse, déposer plusieurs gouttes d'eau distillée, de solution de saccharose ou de jus sur la surface du prisme. Le liquide déposé sur le plateau du prisme doit être exempt de bulles ou de particules flottantes de pulpe ou d'autres matières.

- Modèle portable : fermer le couvercle du prisme. Pour que la lecture soit exacte, orienter l'instrument vers la lumière. Au besoin, effectuer une mise au point de l'oculaire jusqu'à obtention d'une image nette. La teneur en matière sèche soluble est indiquée par la position, sur la graduation verticale, de la ligne de démarcation séparant la zone claire de la zone sombre.
- Modèle à affichage numérique par cristaux liquides : pousser le bouton pour lire le pourcentage de matière sèche soluble présente.

Vérification et recalibrage du réfractomètre

Matériel requis :

- une bouteille d'eau distillée.
- Un petit flacon de solution de saccharose à 6 pour cent. Conserver cette solution dans un flacon à l'abri de la lumière du jour et l'utiliser dans un délai de 48 heures après préparation.

Déposer plusieurs gouttes d'eau distillée sur la surface du prisme.

L'eau distillée doit donner la valeur zéro. Si non, régler si possible le réfractomètre sur zéro.

Essuyer le plateau du prisme à l'aide d'un morceau de tissu doux qui ne peluche pas.

Déposer plusieurs gouttes de la solution de saccharose à 6 pour cent sur le plateau propre et sec du prisme.

Le réfractomètre doit indiquer 6 pour cent. Si l'indication n'est pas exacte :

a) préparer une nouvelle solution fraîche de saccharose à exactement 6 pour cent.

b) Réparer ou remplacer le réfractomètre.

Entretien du réfractomètre

Le verre optique possédant une dureté relativement faible, les surfaces du prisme peuvent être facilement endommagées. Il faut donc prendre soin de ne pas rayer le prisme en éloignant les objets en métal ou en verre de la surface du prisme.

Rincer l'instrument avec de l'eau distillée dès que les échantillons ont été utilisés. Le prisme est sensible aux bases et aux acides s'il reste à leur contact un certain temps. Il doit être nettoyé avec un solvant approprié avant d'être rincé avec de l'eau distillée, puis essuyé avec un tissu doux.

Il est bon de nettoyer périodiquement le prisme à l'alcool afin d'éliminer toute matière grasse qui pourrait y adhérer. L'alcool ne doit pas être utilisé sur les modèles à piles ou fonctionnant sur secteur.

---

[2] Le texte décrit le calibrage et la méthode d'utilisation du réfractomètre portable le plus traditionnel. Quand des modèles à affichage numérique fonctionnant sur piles ou sur secteur sont utilisés, des principes similaires s'appliquent. Cependant les instructions du fabricant doivent toujours être suivies.

Il est conseillé de toujours confiner le liquide, quel qu'il soit, à l'extrémité du réfractomètre portant le prisme.

Échantillonnage

Pour évaluer le lot sélectionné pour le contrôle, prendre un échantillon d'au moins 10 fruits de chaque taille au hasard en différents endroits de l'échantillon réduit. Pour les fruits de petite taille conditionnés en colis (p. ex. les fraises, les cerises), isoler 10 colis et prélever au moins 5 fruits dans chacun d'eux ou 10 échantillons primaires, au cas où les fruits du colis sont en vrac.

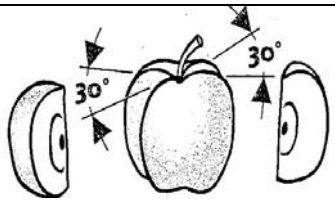
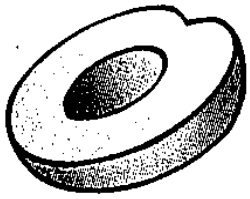
Noter que les fruits doivent être exempts de défauts tels que des brûlures dues au soleil et des dommages causés par des insectes ou des maladies, qui pourraient avoir affecté le processus normal de maturité.

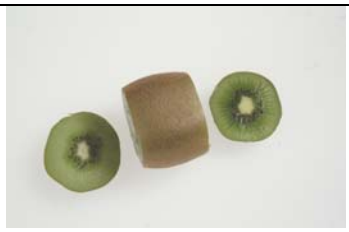
Préparation de l'échantillon

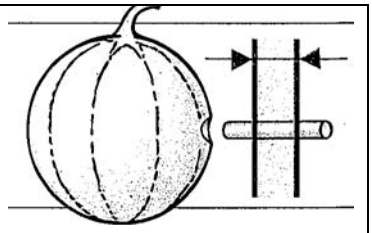
Il est important que l'échantillon de jus utilisé pour mesurer la matière sèche soluble soit extrait d'une manière uniforme et il est important de prendre en compte les différences naturelles dans la répartition de la matière sèche soluble au sein du fruit de l'espèce concernée.

Il n'est certes pas possible de donner des directives précises pour tous les produits pouvant être soumis à des tests, mais il est essentiel que l'échantillon de jus soit autant que faire se peut représentatif de l'ensemble du fruit. Utiliser des fruits secs dans la mesure où toute humidité extérieure mélangée au jus fera baisser le résultat.

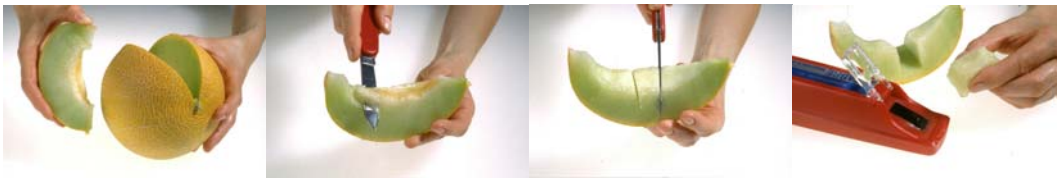
Quand des méthodes spécifiques de préparation de l'échantillon ou d'extraction du jus sont données dans les normes de commercialisation ou les brochures de l'OCDE, elles doivent être suivies. En leur absence, la préparation de l'échantillon et l'extraction du jus doivent être effectuées comme suit :

Pommes, poires, pêches et nectarines	Sur chaque fruit, couper deux tranches longitudinales (de l'extrémité du pédoncule à l'extrémité du stigmate), la première du côté le plus coloré du fruit et la seconde du côté opposé. Presser la tranche de manière longitudinale pour extraire un mélange de jus provenant de toutes les zones.	
Abricots, prunes	Couper le fruit en deux. Mesurer les deux moitiés pour obtenir un mélange de jus provenant de toutes les zones.	

Kiwis	Couper les extrémités côté pédoncule et côté stigmate à une distance de 15 mm de chaque extrémité du kiwi et presser les deux tranches séparément pour en extraire le jus.	

Melons	A l'aide d'une sonde métallique de faible diamètre (1 - 4 mm), extraire une carotte de melon au niveau de la zone équatoriale. Éliminer les deux extrémités de la carotte, c'est-à-dire l'épiderme et la portion de pulpe juste au-dessous de celui-ci, ainsi que la partie molle contenant les graines. Utiliser la section de chair restante pour en extraire le jus destiné aux tests.	

Une autre méthode consiste à prélever deux tranches longitudinales (de l'extrémité du pédoncule à l'extrémité du stigmate), la première du côté qui a touché le sol pendant la croissance et la seconde du côté opposé. Couper un morceau de pulpe au milieu de la tranche, après avoir retiré le coeur et l'épiderme. Le reste de pulpe est pressé pour extraire le jus à tester.



Raisins de table Prélever au moins 5 grains de chaque grappe ou colis à différents endroits de la grappe ou du colis.
Ces grains peuvent être pressés et testés séparément ou ensemble pour obtenir un mélange de jus.
Toutefois, il est possible de presser toute la grappe.

Pastèques Prélever deux tranches longitudinales (de l'extrémité du pédoncule à l'extrémité du stigmate), la première du côté qui a touché le sol pendant la croissance et la seconde du côté opposé. Couper un morceau de pulpe dans la section équatoriale, après avoir retiré le cœur et l'épiderme. Presser la pulpe.

Agrumes Couper en deux chaque fruit dans le sens de la largeur et presser pour en extraire tout le jus.

Fruits de petite taille p. ex. fraises, cerises

Prélever au moins 5 fruits dans chaque échantillon primaire ou colis en différents endroits du colis. Ces fruits peuvent être pressés et testés séparément ou ensemble pour obtenir un mélange de jus de ces fruits.

Tomates Sur chaque fruit, couper deux tranches longitudinales (de l'extrémité du pédoncule à l'extrémité du stigmate). Presser la tranche de manière longitudinale afin obtenir un mélange de jus provenant de toutes les zones.

Mesure

Placer un nombre égal de gouttes provenant du jus préparé avec le fruit sur le plateau du prisme du réfractomètre. Noter la valeur indiquée sur l'échelle du prisme arrondie à la première décimale. Faire une deuxième lecture pour chaque fruit. Après chaque test, le plateau du prisme doit être nettoyé avec plusieurs gouttes d'eau (distillée) et essuyé avec un chiffon doux.

Résultats

Il est important d'enregistrer les résultats, arrondis à la première décimale, ainsi que tous les détails concernant la méthode, la variété et le stade de maturité du produit testé.

Noter la valeur indiquée pour chaque fruit, grappe, échantillon primaire ou colis. Prendre la moyenne arithmétique de l'ensemble des valeurs relevées (arrondie à la première décimale).

Si le jus provient de deux parties du fruit (p. ex. tranches longitudinales, zone équatoriale), prendre dans un premier temps la moyenne arithmétique pour chaque fruit. Prendre dans un deuxième temps la moyenne arithmétique de l'ensemble des valeurs (arrondie à la première décimale). Il est possible de suivre la même procédure pour les fruits de petite taille ou les raisins de table, où il est possible de mesurer des fruits ou des grains individuels.

Si la moyenne des valeurs obtenue pour l'ensemble des fruits est égale ou supérieure à la limite fixée par la norme, le lot a atteint le niveau de maturité minimum.

Si la moyenne des valeurs d'au moins 3 fruits, grappes ou colis sur les 10 spécimens est inférieure à 10 % au moins de la limite fixée par la norme, il convient de prélever d'autres fruits de l'échantillon réduit ou d'un nouvel échantillon et de procéder à une nouvelle analyse. Si la moyenne des deux échantillons est inférieure à 10 % au moins de la limite fixée par la norme, le lot n'atteint pas le niveau de maturité minimum et doit être rejeté. Aucune tolérance n'est admise.

DÉTERMINATION DE LA FERMETÉ D'UN FRUIT PAR LE PÉNÉTROMÈTRE

La fermeté d'un fruit est liée à son stade de maturité et peut dépendre de sa variété comme de sa région de production et de ses conditions de croissance. Ce document décrit un test objectif de détermination de la fermeté d'un fruit grâce à un pénétromètre.

Le pénétromètre permet aux producteurs, emballeurs et distributeurs de déterminer le degré de maturité d'un fruit, mais aussi aux détaillants d'en évaluer l'appétibilité pour le consommateur ainsi que la durée de conservation au stade de la vente.

La détermination de la fermeté d'un fruit au moyen d'un pénétromètre est basée sur la pression nécessaire pour enfoncer un embout d'une taille donnée dans la pulpe du fruit jusqu'à une profondeur spécifique..

Équipement

Le pénétromètre est muni d'un cadran gradué à la fois en système métrique (kg) et en système impérial (lb) et peut couvrir différentes gammes de pressions selon qu'il s'agit de fruits tendres ou de fruits plus durs, dépendant de la variété et du niveau de maturité du produit à tester.	 PÉNÉTROMÈTRE PORTABLE [1]

Trois embouts amovibles sont disponibles :

- un embout de 8 mm (½ cm²) de diamètre convenant généralement pour des fruits tendres tels que les pêches, les prunes,etc.,

- un embout de 11 mm (1 cm²) de diamètre convenant généralement pour des fruits fermes tels que les pommes, les poires, et

- un embout pointu pour mesurer la fermeté des avocats.

La meilleure solution consiste à monter le pénétromètre sur un bâti de perçage fixe et rigide, afin d'appliquer la pression sur le fruit à vitesse contrôlée et régulière et à angle constant, c'est-à-dire verticalement de haut en bas. Ces conditions sont plus difficiles à réunir avec un pénétromètre portable.

S'il n'est pas pratique d'utiliser un pénétromètre monté sur support ou s'il est nécessaire d'utiliser un pénétromètre portable -- au verger ou sur le lieu de vente --, il faut alors veiller à appliquer une pression régulière et uniforme lors du relevé des valeurs. La manière de procéder est la même pour le pénétromètre portable et le pénétromètre fixe, et elle doit être identique pour chaque fruit examiné afin d'obtenir des résultats valables.

Pour les tests en laboratoire, utiliser le modèle fixe.

1. Ces appareils de mesure ne sont présentés qu'à titre indicatif et n'indiquent aucune recommandation de l'OCDE quant à l'utilisation d'une marque spécifique.

Échantillonnage

Pour évaluer le lot sélectionné pour le contrôle, prendre un échantillon d'au moins 10 fruits de chaque taille au hasard en différents endroits de l'échantillon réduit. Noter que les fruits doivent être exempts de défauts tels que des brûlures dues au soleil et des dommages causés par des insectes ou des maladies, qui pourraient avoir affecté le processus normal de maturation.

Préparation de l'échantillon

Enlever un disque de peau (uniquement l'épiderme) de 2 cm² (¾ de pouce carré) sur deux côtés opposés de la partie équatoriale du fruit.

Lorsque le fruit est coloré différemment selon les zones (pommes par exemple), les tests doivent être réalisés, quand cela est possible, entre la zone la plus colorée et la zone la moins colorée du fruit.

Mesure

Tenir fermement le fruit d'une main, le déposer sur une surface rigide telle que le plateau d'une table ou le plateau à la base de la paillasse.

Le choix de la taille de l'embout et de la gamme de pressions dépendra du type et de la variété du produit en question, ainsi que de son stade de développement et de sa maturité.

Si les normes de commercialisation imposent la taille de l'embout, utiliser un embout de la taille donnée.

Il est recommandé de choisir la taille de l'embout et la gamme de pressions de telle sorte que les résultats obtenus se situent vers le milieu de la graduation.

Mettre le pénétromètre à zéro et placer la tête de l'embout sur la pulpe de la zone pelée du fruit. Exercer une pression descendante continue, de sorte que l'embout s'enfonce dans la pulpe du fruit jusqu'à la profondeur marquée (à mi-hauteur) sur l'embout. La pression doit absolument être lente et régulière, car des mouvements saccadés risquent de fausser les résultats. Ôter l'embout, et noter la valeur indiquée sur le cadran du pénétromètre, arrondie à la première décimale.

Répéter l'opération de l'autre côté du même fruit après avoir remis le pénétromètre à zéro.

Il est très important d'effectuer les tests d'une façon aussi uniforme et soigneuse que possible afin de permettre une comparaison précise des résultats.

Résultats

Il est important d'enregistrer les résultats, arrondis à la première décimale, ainsi que tous les détails concernant la taille de l'embout, la gamme de pressions utilisée, la variété et le stade de maturité du produit testé.

Dans un premier temps, prendre la moyenne arithmétique des deux valeurs indiquées pour chaque fruit. Prendre dans un deuxième temps la moyenne arithmétique de la somme de ces valeurs (arrondie à la première décimale).

Si la moyenne des valeurs de l'ensemble des fruits est supérieure ou égale à la limite fixée par la norme, le lot a atteint le niveau de maturité minimum.

Si la moyenne des valeurs d'au moins 3 fruits sur les 10 testés est inférieure à 10 % au moins de la limite fixée par la norme, il convient de prélever d'autres fruits de l'échantillon réduit ou d'un

nouvel échantillon et de procéder à une nouvelle analyse. Si la moyenne des deux échantillons est inférieure à la limite fixée par la norme, le lot n'atteint pas le niveau de maturité minimum et est rejeté. Aucune tolérance n'est admise.

DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ D'UN FRUIT PAR TITRAGE ET CALCUL DU RAPPORT SUCRES/ACIDITÉ

Parce qu'il contribue à donner à de nombreux fruits leur saveur caractéristique, le rapport sucres/acidité constitue également un indicateur de la maturité commerciale et de la maturité de consommation. Au début du processus de maturation, le rapport sucres/acidité est bas, en raison d'un contenu en sucres bas et d'un contenu en acides élevé, ce qui rend le fruit aigre. Durant le processus de maturation, les acides sont dégradés, le contenu en sucres augmente et le rapport sucres/acidité prend une valeur plus élevée. Les fruits trop mûrs ont des niveaux d'acides très bas, d'où un manque de saveur caractéristique.

Le titrage désigne le processus chimique de dosage volumétrique d'une substance constitutive dans un échantillon (par exemple les acides) à l'aide d'un réactif standard neutralisant, par exemple un alcali (NaOH).

Une fois que le niveau d'acidité dans l'échantillon a été déterminé, il peut servir à calculer le rapport sucres/acidité.

Il existe deux méthodes indiquées pour la détermination de l'acidité titrable des fruits :

- La méthode utilisant un indicateur coloré ;
- La méthode potentiométrique, à l'aide d'un pH-mètre, qui est utilisée pour les jus très colorés.

Équipement :

- Une burette de laboratoire de 25 ou 50ml ou une burette automatique. Une pipette de 10ml, un bécher (250ml), un filtre (tissu en mousseline ou filtre fin) et un extracteur ou un appareil homogénéisateur.
- Une bouteille d'eau distillée.
- Hydroxyde de sodium (NaOH) : On considère que la solution standard de laboratoire 0.1M, qui est utilisée pour l'opération de titrage, est diluée. Elle peut être achetée sous cette forme.
- Phénolphtaléine : Il s'agit d'une solution de phénolphtaléine à 1 pour cent en poids/volume dans de l'éthanol à 95 pour cent en volume/volume, qui est inflammable, et toxique en cas d'ingestion. Elle est nécessaire uniquement dans le cas de la méthode utilisant un indicateur coloré.
- Papier indicateur de pH : Pour déterminer avec exactitude le point de neutralité, utiliser une bandelette de papier indicateur de pH. Pas nécessaire avec la méthode potentiométrique.

Échantillonnage

Pour évaluer le lot sélectionné pour le contrôle, prendre un échantillon d'au moins 10 fruits de chaque taille au hasard en différents endroits de l'échantillon réduit. Noter que les fruits doivent être

exempts de défauts tels que des brûlures dues au soleil et des dommages causés par des insectes ou des maladies, qui pourraient avoir affecté le processus normal de maturité.

Préparation de l'échantillon

Selon le type de fruit concerné, on le coupe en deux et on obtient le jus par pression à l'aide d'un extracteur comme dans le cas des agrumes, ou bien on homogénéise la chair pour former de la pulpe. On mélange le jus extrait de tous les fruits pressés.

Ne pas inclure l'épiderme ni les parties solides ; filtrer les parties solides à travers un tissu en mousseline ou un filtre fin en en extrayant le maximum de jus.

Utiliser une pipette à dispositif de sécurité de 10 ml propre et sèche. Prélever 10 ml de jus et les déposer dans un bécher de 250 ml. Utiliser une autre pipette propre et sèche pour prélever 50 ml d'eau distillée et l'ajouter au jus dans le bécher.

Mesure

Méthode utilisant un indicateur coloré

Ajouter 3 gouttes de phénolphtaléine à la solution composée de jus et d'eau de chaque bécher avec une pipette compte-gouttes uniquement consacrée à cet usage.

S'assurer que le robinet de la burette est fermé, puis verser la solution de NaOH 0.1M dans la burette à l'aide d'un entonnoir jusqu'à ce qu'elle atteigne la graduation zéro. Ne pas renverser la solution sur la peau.

Effectuer le titrage en versant lentement la solution de NaOH dans la solution jus/eau (à l'aide d'une burette de 25ml ou d'une burette automatique). Prendre soin que la NaOH goutte directement dans la solution et n'adhère pas au verre, autrement la valeur lue pourrait être fausse. Pendant le titrage, prendre soin d'agiter continuellement la solution dans le bécher afin que celle-ci reste bien homogène. Cette opération est essentielle, en particulier lorsque la solution se rapproche de la neutralité. Il est important de déterminer très exactement le point de neutralité c'est-à-dire la fin du titrage, car comme la phénolphtaléine passe très rapidement de l'incolore au rose, on peut facilement dépasser la fin de la réaction, ce qui faussera le résultat du test. Il est donc important que vers la fin du titrage, la solution de NaOH soit versée goutte à goutte.

Quand on utilise la phénolphtaléine comme indicateur, le point de neutralité est atteint quand l'indicateur passe de l'incolore au rose. La couleur de l'indicateur doit rester stable (pendant 30 secondes) et être rose clair lorsqu'on la regarde sur un fond blanc. Cette teinte peut toutefois varier en fonction du type de jus soumis au test. Si on a manqué le point de neutralité, c'est-à-dire si la couleur de l'indicateur est trop sombre, le test n'est pas acceptable et doit être recommencé. Utiliser un papier indicateur de pH pour éviter le point de neutralité de pH 8,1.

- Relever la quantité de NaOH utilisée (titre) sur la burette et enregistrer ce chiffre.
- Recharger la burette à chaque test ultérieur.
- Bien nettoyer le matériel et le rincer avec de l'eau distillée. Ne pas utiliser de détergent.

Note : Les jus très acides (citrons et limes, par exemple) nécessitent une quantité plus importante de NaOH. Par conséquent, lorsque la solution de NaOH atteint la graduation 25ml, recharger la burette comme il a été décrit précédemment. Lorsque la réaction est achevée, additionner et enregistrer les différents chiffres relevés afin d'obtenir la quantité de NaOH utilisée pour le titrage.

Méthode utilisant un pH-mètre

On peut également déterminer le point de neutralité, c'est-à-dire le point final du titrage à l'aide d'un pH-mètre. La méthode précise employée dépendra des instructions du fabricant, mais la description suivante pourra servir de principe général.

Vérification du pH-mètre

- Veiller à ce que le pH-mètre ait été mis sous tension avant utilisation - prévoir 30 minutes environ.
- Retirer l'électrode de l'eau distillée du bécher de stockage et la sécher.
- Plonger l'électrode dans le bécher contenant une solution tampon de pH 7, et étalonner l'appareil à une valeur identique.
- Lors de chaque lecture, s'assurer que l'électrode n'est pas en contact avec les côtés ou le fond du bécher.
- Retirer l'électrode et, après l'avoir rincée avec de l'eau distillée, la placer dans la solution soumise au test ; l'électrode ne doit pas être en contact avec le verre.

Mesure

S'assurer que le robinet de la burette est fermé, puis verser la solution de NaOH 0.1M dans la burette à l'aide d'un entonnoir jusqu'à ce qu'elle atteigne la graduation zéro. Ne pas renverser la solution sur la peau.

Effectuer le titrage en versant lentement la solution de NaOH dans la solution jus/eau. Prendre soin que la NaOH goutte directement dans la solution et n'adhère pas au verre, autrement la valeur lue pourrait être fausse. Pendant le titrage, prendre soin d'agiter continuellement la solution dans le bécher afin que celle-ci reste bien homogène. Cette opération est essentielle, en particulier lorsque la solution se rapproche de la neutralité. Il est important de déterminer très exactement le point de neutralité c'est-à-dire la fin du titrage, car comme la phénophtaléine passe très rapidement de l'incolore au rose, on peut facilement dépasser la fin de la réaction, ce qui faussera le résultat du test. Il est donc important que vers la fin du titrage, la solution de NaOH soit versée goutte à goutte.

Quand on utilise un pH-mètre lors du titrage, l'affichage numérique passe de 4 à 5. Lorsqu'il atteint le chiffre 7, continuer précautionneusement. Le point de neutralité c'est-à-dire la fin du titrage est atteint au pH 8,1. En cas de dépassement de ce dernier chiffre, le test n'est pas acceptable et doit être recommencé.

- Lorsque le pH-mètre indique 8,1, relever sur la burette la quantité de NaOH utilisée et l'enregistrer.
- Retirer l'électrode et la rincer à l'eau distillée, afin qu'elle soit prête pour le test suivant. Veiller à ce qu'elle ne puisse pas être contaminée.
- Recharger la burette à chaque test ultérieur.
- Bien nettoyer le matériel et le rincer avec de l'eau distillée. Ne pas utiliser de détergent.

Note : Les jus très acides (citrons et limes, par exemple) nécessitent une quantité plus importante de NaOH. Par conséquent, lorsque la solution de NaOH atteint la graduation 25 ml, recharger la burette comme il a été décrit précédemment. Lorsque la réaction est achevée, additionner et enregistrer les différents chiffres relevés afin d'obtenir la quantité de NaOH utilisée pour le titrage.

Calcul du rapport sucres/acidité

Le pourcentage Brix du fruit concerné doit aussi être obtenu avant que le calcul du rapport sucres/acidité soit possible.

Les calculs destinés à déterminer le rapport sucres/acidité sont identiques pour tous les produits, mais comme certains fruits contiennent des acides différents, il faut appliquer à chaque calcul le coefficient multiplicateur approprié. Dans la mesure où certains produits peuvent contenir plus d'un type d'acide, on effectue toujours les tests pour l'acide primaire. La liste de ces acides et des coefficients multiplicateurs correspondants est donnée ci-après.

Coefficient pour : - l'acide citrique : 0,0064 (agrumes)
- l'acide malique : 0,0067 (pommes)
- l'acide tartrique : 0,0075 (raisins)

Dans le cas de l'acide citrique, par exemple, 1ml de NaOH 0.1M équivaut à 0,0064 g d'acide citrique.

Résultats exprimés en pourcentage d'acide :

$$\text{Pourcentage d'acide} = \frac{\text{Titre x coefficient x 100}}{\text{10 (ml jus)}}$$

$$\text{Rapport sucres/acidité} = \frac{\text{Pourcentage °Brix}}{\text{Pourcentage d'acide}}$$

OU

Résultats exprimés en gramme/litre d'acide :

$$\text{g/l acide} = \frac{\text{Titre x coefficient x 100 x 10}}{\text{10 (ml jus)}}$$

$$\text{Rapport sucres/acidité} = \frac{\text{Pourcentage °Brix x 10}}{\text{g/l acide}}$$

P. ex. : dans le cas de l'acide citrique, les résultats seraient exprimés comme suit :

Pourcentage d'acide citrique	Gramme/litre d'acide
Pourcentage d'acide citrique = $\frac{\text{Titre x 0,0064 x 100}}{\text{10ml jus}}$	g/l d'acide citrique = $\frac{\text{Titre x 0,0064 x 100 x 10}}{\text{10 (ml jus)}}$
Par simplification, cette formule peut s'écrire : Pourcentage d'acide citrique = Titre x 0,064	Par simplification, cette formule peut s'écrire : g/l d'acide citrique = Titre x 0,64
Rapport sucres/acidité = $\frac{\text{Pourcentage °Brix}}{\text{Pourcentage d'acide}}$	Rapport sucres/acidité = $\frac{\text{Pourcentage°Brix x 10}}{\text{g/l d'acide citrique}}$

Résultats

Il est important d'enregistrer les résultats, arrondis à la première décimale, ainsi que tous les détails concernant la méthode, la variété et le stade de maturité du produit testé.

Si le résultat atteint la limite fixée par la norme, le lot a atteint le niveau de maturité minimum.

Si le résultat est inférieur/supérieur à 10 % au moins de la limite fixée par la norme, il convient de prélever d'autres fruits de l'échantillon réduit ou d'un nouvel échantillon et de procéder à une nouvelle analyse. Si la moyenne des deux échantillons est inférieure/supérieure à la limite spécifiée par la norme, le lot n'atteint pas le niveau de maturité minimum et doit être rejeté. Aucune tolérance n'est admise.

Lignes directrices en matière de santé et de sécurité

L'hydroxyde de sodium sous forme non diluée est extrêmement corrosif pour les tissus corporels. Le contact avec la peau peut provoquer une irritation quasiment immédiate et le contact continu provoque des brûlures. La solution à 0.1M utilisée dans ce test présente moins de danger. Cependant, il est recommandé de porter une blouse protectrice et de l'utiliser dans une pièce bien ventilée uniquement.

La phénolphtaléine est hautement inflammable et doit être utilisée avec précaution. Elle doit être stockée et utilisée loin d'une flamme nue ou d'autres sources d'ignition. Elle est toxique en cas d'ingestion.

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN JUS

La teneur en jus est un paramètre essentiel pour déterminer la qualité de différents fruits, et plus particulièrement celle des agrumes.

Équipement

- Extracteur ou presse-fruits (simple presse-fruits de ménage, presse-agrumes, centrifugeuse de ménage)
- Filtre (étoffe en mousseline, filtre fin ou passoire)
- Balance
- Bécher

Échantillonnage

Pour évaluer le lot sélectionné pour le contrôle, prendre un échantillon d'au moins 2 kg de fruits de chaque taille en différents endroits de l'échantillon réduit.

Noter que les fruits doivent être exempts de défauts tels que des brûlures dues au soleil et des dommages causés par des insectes ou des maladies, qui pourraient avoir affecté le processus normal de maturité.

Préparation de l'échantillon

Couper en deux le fruit dans le sens de la largeur et presser chaque moitié pour en extraire tout le jus à l'aide d'un extracteur ou d'un presse-fruits. Effectuer cette opération aussi soigneusement que possible pour extraire tout le jus.

Passer ensuite le jus extrait dans l'étoffe en mousseline, le filtre fin ou la passoire.

Mesure

Déterminer le poids du

- fruit
- bécher
- jus extrait

Calcul de la teneur en jus

La teneur en jus est calculée comme suit :

$$\text{Pourcentage du jus} = \frac{\text{Poids total de jus (en g) - poids du bécher (en g)}}{\text{Poids total du fruit (en g)}} \times 100$$

Résultats

Il est important d'enregistrer les résultats, arrondis à la première décimale, ainsi que tous les détails concernant la méthode, la variété et le stade de maturité du produit testé.

Si le résultat est supérieur ou égal à la limite fixée par la norme, le lot a atteint la teneur en jus minimale acceptable.

Si le résultat est inférieur à 10% au moins de la limite fixée par la norme, il convient de prélever d'autres fruits de l'échantillon réduit ou d'un nouvel échantillon et de procéder à une nouvelle analyse. Si la moyenne des deux échantillons est inférieure à la limite fixée par la norme, le lot n'atteint pas la teneur en jus minimale acceptable et doit être rejeté. Aucune tolérance n'est admise.

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN MATIÈRE SÈCHE PAR LA MÉTHODE DE LABORATOIRE DE RÉFÉRENCE OU PAR LA MÉTHODE RAPIDE UTILISANT UN FOUR À MICRO-ONDES

Introduction :

La méthode acceptée pour déterminer le pourcentage de matière sèche consiste à exposer, pour le faire sécher, l'échantillon dans une étuve (à vide) à une température de 70° C jusqu'à obtention de variations de moins de 3 mg entre deux pesées consécutives effectuées à 2 heures d'intervalle à chaque fois (méthodes AOAC 1980). Bien qu'il soit possible de sécher plusieurs échantillons à toute heure, cette méthode présente l'inconvénient suivant : les échantillons doivent être séchés une nuit entière pour la réalisation du test.

Le séchage au four à micro-ondes a ses mérites en raison de sa rapidité, de sa simplicité, de son coût peu élevé et de sa répétabilité, mais il a pour conséquence un séchage localisé et présente un haut degré de variabilité au niveau des temps de séchage dû aux réglages de puissance et au type d'échantillon.

En cas de rejet et de litige, c'est la méthode de laboratoire de référence qui fait foi.

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN MATIÈRE SÈCHE PAR LA MÉTHODE DE LABORATOIRE DE RÉFÉRENCE

Cette méthode permet de déterminer la perte de masse pendant le processus de dessiccation du fruit.

Matériel et appareils

- Balance analytique avec division à échelle 0,01 g (facteur d'erreur d'environ 0,1 – 0,3 % de la matière sèche)
- Étuve (à vide) à ventilation (température de 60°C - 105°C)
- Dessiccateur
- Spatule ou cuillère
- Boîtes de Petri (8 cm de diamètre)
- Couteau
- Trancheur, couteau éplucheur ou râpe
- Robot de cuisine équipé d'une lame de découpage ou d'une râpe à fromage
- Calculatrice, fiche de données

ÉCHANTILLONNAGE

Pour évaluer le lot sélectionné pour le contrôle, prendre un échantillon d'au moins 15 fruits dans l'échantillon réduit.

Noter que les fruits doivent être exempts de défauts tels que des brûlures dues au soleil et des dommages causés par des insectes ou des maladies, qui pourraient avoir affecté le processus normal de maturité.

PROCÉDURE

Toutes les pesées doivent être contrôlées jusqu'au centigramme le plus proche.

Peser et numéroter chaque boîte de Petri (une boîte par fruit choisi) et noter le poids (**A**).

Préparation du fruit :

Prélever un échantillon de 10 grammes de pulpe à l'aide du trancheur, du couteau éplucheur ou de la râpe. L'échantillon consistera en de fines lamelles de pulpe (épaisseur 1,5 – 2 mm) prélevées tout autour de l'extrémité coupée.

Dans le cas des avocats et des kiwis, les fruits doivent être préparés comme suit :

- Avocats : Couper chaque fruit en deux moitiés dans le sens longitudinal, en éliminant le noyau et le tégument séminal, et enlever l'épiderme sans toucher la pulpe. L'épaisseur de la lamelle doit être de 2mm. Prélever un total de 20 grammes (poids à l'état frais) par fruit. Prélever la tranche sur la face d'un quartier.

- Kiwis : Couper chaque fruit en deux moitiés dans le sens de la largeur. L'épaisseur de la lamelle doit être de 3mm. Prélever un total de 10 – 20 grammes (poids à l'état frais) par fruit.

Déposer les lamelles sur la boîte de Petri et les couper en plus petits morceaux afin de faciliter le processus de séchage. Consigner le poids total échantillon frais + boîte de Petri (**B**). Procéder à la pesée immédiatement après avoir déposé l'échantillon dans la boîte afin d'éviter toute perte d'eau.

Préchauffer le four à la température requise avant d'y introduire les échantillons. (Pour obtenir la température la plus exacte possible, placer un thermomètre précis dans une tasse remplie d'huile végétale à l'intérieur du four).

Pour atténuer l'effet de la réaction de Maillard, faire fonctionner le four à température relativement basse.

Faire sécher l'échantillon dans le four à ventilation à une température de 70° C jusqu'à obtention d'un poids constant (pendant 4 à 6 heures).

Dans le cas des avocats ou des kiwis, le séchage doit être effectué comme suit :

- Avocats : 60° C jusqu'à obtention d'un poids constant (environ 18 heures),

- Kiwis : 65° C jusqu'à obtention d'un poids constant (environ 8 heures).

Après le séchage, peser l'échantillon et noter le poids total échantillon + boîte de Petri (**C**). Effectuer la pesée dans le quart d'heure qui suit le retrait des échantillons du four.

CALCUL

Le pourcentage de matière sèche se calcule comme suit :

$$\text{Pourcentage de matière sèche} = \frac{(C-A)}{(B-A)} \times 100$$

A = poids de la boîte de Petri

B = poids total frais + boîte de Petri

C = poids total sec + boîte de Petri

RÉSULTATS

Il est important d'enregistrer les résultats, arrondis à la première décimale, ainsi que tous les détails concernant la méthode, la variété et le stade de maturité du produit testé.

Si les valeurs moyennes obtenues pour l'ensemble des fruits sont supérieures ou égales à la limite fixée par la norme, le lot a atteint le niveau de maturité minimum.

Si les valeurs moyennes d'au moins 30% des fruits sont inférieures à 10% au moins de la limite fixée par la norme, il convient de prélever d'autre fruits de l'échantillon réduit ou d'un nouvel échantillon et de procéder à une nouvelle analyse. Si la moyenne des deux échantillons est inférieure à la limite fixée par la norme, le lot n'atteint pas le niveau de maturité minimum et doit être rejeté. Aucune tolérance n'est admise.

MÉTHODE RAPIDE DE DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN MATIÈRE SÈCHE PAR DESSICATION DANS UN FOUR À MICRO-ONDES

Cette méthode permet de déterminer la perte de masse pendant le processus de dessiccation du fruit.

Matériel et appareils

- Balance analytique avec division à échelle 0,01 g
- Four à micro-ondes pouvant atteindre une puissance de travail de 800 W
- Spatule ou cuillère
- Boîte de Petri (8 cm de diamètre)
- Couteau, couteau éplucheur
- Trancheur, robot de cuisine équipé d'une lame de découpage ou d'une râpe à fromage
- Calculatrice, fiche de données

ÉCHANTILLONNAGE

Pour évaluer le lot sélectionné pour le contrôle, prendre un échantillon d'au moins 10 fruits au hasard en divers endroits de l'échantillon réduit. Noter que les fruits doivent être exempts de défauts tels que des brûlures dues au soleil et des dommages causés par des insectes ou des maladies, qui pourraient avoir affecté le processus normal de maturité.

PROCÉDURE

Peser une boîte de Petri vide et noter son poids. Ce sera la tare (**A**).

Couper le fruit en deux moitiés dans le sens longitudinal, en éliminant le noyau et le tégument séminal.

Sur l'une moitié du fruit obtenues, couper, à l'aide du trancheur, des lamelles d'1,5 mm d'épaisseur (environ 5 à 10 grammes).

Déposer, sans les faire chevaucher, les lamelles sur les boîtes de Petri numérotées. Utiliser une boîte de Petri séparée par fruit.

Peser chaque verre de montre contenant l'échantillon, et noter le poids (**B**).

Placer les verres de montre dans le four à micro-ondes. Il convient de vérifier préalablement que, pour cette grosseur de lamelle échantillon, la dessiccation est constante et qu'il ne se produira aucune coloration brune due à des brûlures. Définir une puissance de travail de 800 W et, après 4 minutes, peser directement, en évitant de le laisser refroidir dans le dessiccateur. L'introduire à nouveau dans le four à micro-ondes pendant 1 minute, et peser à nouveau. Répéter cette opération jusqu'à obtention d'une pesée constante ou jusqu'à ce que la différence de masse, entre deux pesées consécutives, ne dépasse pas 0,5 mg. Le temps total de dessiccation varie entre 4 et 7 minutes. Le poids final, après dessiccation, correspond à (C).

CALCUL

Calculer la teneur en matière sèche comme suit :

$$\text{Pourcentage de matière sèche} = \frac{(C-A)}{(B-A)} \times 100$$

A = poids de la boîte de Petri

B = poids total frais + boîte de Petri

C = poids total sec + boîte de Petri

RÉSULTATS

Il est important d'enregistrer les résultats, arrondis à la première décimale, ainsi que tous les détails concernant la méthode, la variété et le stade de maturité du produit testé.

Si les valeurs obtenues pour l'ensemble des fruits sont supérieures ou égales à la limite fixée par la norme, le lot a atteint le niveau de maturité minimum.

Si les valeurs obtenues sont inférieures à la limite fixée par la norme, il convient de prélever d'autres fruits de l'échantillon réduit ou d'un nouvel échantillon et de l'analyser selon la méthode de laboratoire de référence, avant de rejeter le lot.

DÉTERMINATION DE LA MATIÈRE SÈCHE SOLUBLE TOTALE PAR SPECTROSCOPIE EN LUMIÈRE VISIBLE (VIS) ET DANS LE PROCHE INFRAFROUGE (NIR)

Pour déterminer la date optimale de récolte, ainsi que qu'une évolution post-récolte de qualité du fruit, il existe des méthodes de sondage rapides non destructives. Depuis de nombreuses années, la spectroscopie en lumière visible (VIS) et la spectroscopie dans le proche infrarouge (PIR) permettent d'étudier les propriétés qualitatives des produits agricoles.

La signature spectrale des fruits et légumes frais montre, dans la zone 400 à 1100 nm, deux bandes d'absorption dominantes. La première est la bande d'absorption de la chlorophylle à environ 670 nm dans la zone VIS (400 à 750 nm) ; l'absorption supplémentaire se produisant entre 500 et 600 nm est due aux pigments rouges diffus. La deuxième bande d'absorption est due à l'eau et se situe à environ 970 nm dans la zone des ondes courtes PIR (750 à 1100 nm), proche de la bande d'absorption de l'eau. Le sucre et d'autres hydrates de carbone contribuent à l'absorption supplémentaire de lumière dans la zone du PIR.

De nombreuses études sur la qualité alimentaire ont été effectuées à l'aide de la spectroscopie VIS-PIR qui mesure le spectre de réflectance et de transmittance d'un fruit frais. Ces études ont conclu qu'il serait possible de prévoir simultanément la teneur en matière sèche soluble, en sucres et en chlorophylle à l'aide d'un spectre unique situé entre 400 et 1000 nm, ce qui permettrait d'élaborer des prédicteurs multidimensionnels d'acceptation des consommateurs.

Pour déterminer les paramètres de qualité des fruits frais, il est nécessaire d'adapter spécifiquement la sonde à capteur à l'espèce de fruit concernée ainsi qu'aux informations de qualité désirée. Il serait possible de déterminer la couleur de fond due au contenu chlorophyllique présent dans l'épiderme du fruit et dans les tissus cellulaires adjacents en utilisant une sonde à capteur qui mesurerait le facteur de réflexion diffuse sur la surface du fruit. Néanmoins, la détermination des paramètres de qualité interne tels que la teneur en matière sèche soluble nécessite l'utilisation d'un capteur à sonde chargé de la transmission, partielle ou totale, de la lumière à travers le fruit. La longueur de cheminement de la lumière dans les tissus cellulaires du fruit ainsi que les caractéristiques morphologiques du fruit influencent la mesure de la signature spectrale.

Dans la gamme des longueurs d'onde comprises entre 400 et 1100 nm, des spectromètres miniatures économiques très prometteurs disposant de capteurs photométriques à base de silicone sont disponibles dans le commerce. Aussi, on s'attend à ce que cette gamme de longueur d'ondes aura des applications attrayantes dans le domaine de l'agriculture.

Étant donné que la méthode décrite ci-dessus est une méthode indirecte de détermination des paramètres de qualité, il est nécessaire d'établir, pour chaque espèce, chaque zone de culture, chaque saison et enfin pour chaque variété, une courbe d'étalonnage ajustée aux résultats obtenus par les méthodes de laboratoire de référence adéquates.

DÉTERMINATION DU CONTENU EN AMIDON DES POMMES ET POIRES PAR L'UTILISATION D'UNE SOLUTION D'IODE

Pendant le développement de la pulpe d'un fruit, des éléments nutritifs se forment, tels que l'amidon qui se transforme en sucres au cours du processus de maturation. La progression du processus de maturation entraîne une décroissance du taux d'amidon.

Ce document décrit un test objectif pour la détermination de la quantité d'amidon contenue dans la pulpe d'un fruit à l'aide d'une solution d'iode. L'iode vire au bleu noir quand il est en contact avec l'amidon. Au fur et à mesure qu'un fruit mûrit, de plus en plus d'amidon se transforme en sucre, et la couleur bleu noir devient moins marquée. La maturation a lieu en général du cœur du fruit vers l'épiderme. Quand il est traité à l'iode, un fruit en phase de maturation montrera généralement un anneau blanc qui s'agrandit autour du cœur. Mais d'autres motifs (*p. ex.* une étoile qui s'agrandit autour du cœur) peuvent apparaître, selon la variété.

Ce test est particulièrement adapté pour des fruits tels que les pommes, et dans une moindre mesure les poires. Mais son utilité vaut uniquement pour déterminer la maturité du fruit au moment de la récolte. Aux stades ultérieurs de commercialisation, la quantité d'amidon contenue dans un fruit – même insuffisamment développé ou vert – peut avoir diminué sans que le processus de maturation ait progressé de manière suffisante.

Matériel requis

- Solution d'iode

  La solution d'iode est préparée en dissolvant 10 g de iodure de potassium dans 30 ml d'eau distillée, puis en ajoutant 3 g d'iode. Une fois que l'iode est dissous, on constitue un mélange d'un litre en ajoutant de l'eau distillée à 10-30°C. Cette solution peut être stockée jusqu'à 6 mois dans un endroit frais (4 à 7°C) et sombre.

Note: Les produits chimiques et la solution ainsi préparée tachent, aussi ne doivent-ils pas être mis en contact avec la peau ou les tissus.

Échantillonnage

Pour évaluer le lot sélectionné pour le contrôle, prendre un échantillon d'au moins 10 fruits de chaque taille au hasard en différents endroits de l'échantillon réduit. Noter que les fruits doivent être exempts de défauts tels que des brûlures dues au soleil et des dommages causés par des insectes ou des maladies, qui pourraient avoir affecté le processus normal de maturation.

Préparation de l'échantillon

Couper chaque fruit en deux en utilisant un couteau bien aiguisé. Il est très important que les surfaces soient coupées de façon nette, sans qu'aucun dommage supplémentaire n'affecte la pulpe ou l'épiderme du fruit. Tout dommage additionnel de ce type pourrait provoquer une diffusion supplémentaire de l'amidon provenant des cellules endommagées, ce qui entraînerait un résultat imprécis.

Mesure

Les deux surfaces fraîchement coupées sont recouvertes avec la solution d'iode de façon régulière. Cela peut être réalisé grâce à une bouteille compte-gouttes, une pipette ou un vaporisateur.

Les deux sections coupées sont laissées de côté pendant une minute avant d'enregistrer les résultats.

L'étendue de la couleur bleu noir présente sur un échantillon testé peut être directement reliée à la maturité du fruit.

Résultats

Il est important d'enregistrer les résultats ainsi que tous les détails concernant la méthode, la variété et le stade de maturité du produit testé.

Noter le stade de maturité (code indiqué dans le tableau d'équivalence amidon/stade de maturité) atteint par chacun des fruits.

Si les valeurs de l'ensemble des fruits sont inférieures ou égales à l'indice de maturité adéquat, le lot a atteint le niveau de maturité minimum.

Si au moins 3 fruits sur les 10 n'atteignent pas l'indice de maturité adéquat, il convient de prélever d'autres fruits de l'échantillon réduit ou d'un nouvel échantillon et de procéder à une nouvelle analyse. Si la moyenne des deux échantillons n'atteint pas l'indice de maturité adéquat, le lot n'atteint pas le niveau de maturité minimum et doit être rejeté. Aucune tolérance n'est admise.

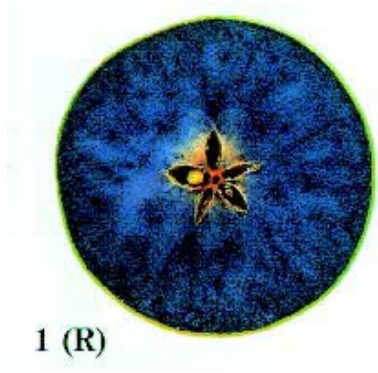
Note: L'interprétation des résultats de ce test doit être faite avec soin dans la mesure où de nombreuses variétés de pommes et de poires mûrissent de façon différente et produisent différents motifs d'amidon. Des variétés sont mangeables à différents stades de maturité, en fonction de la préférence des consommateurs.

Lignes directrices en matière de santé et de sécurité

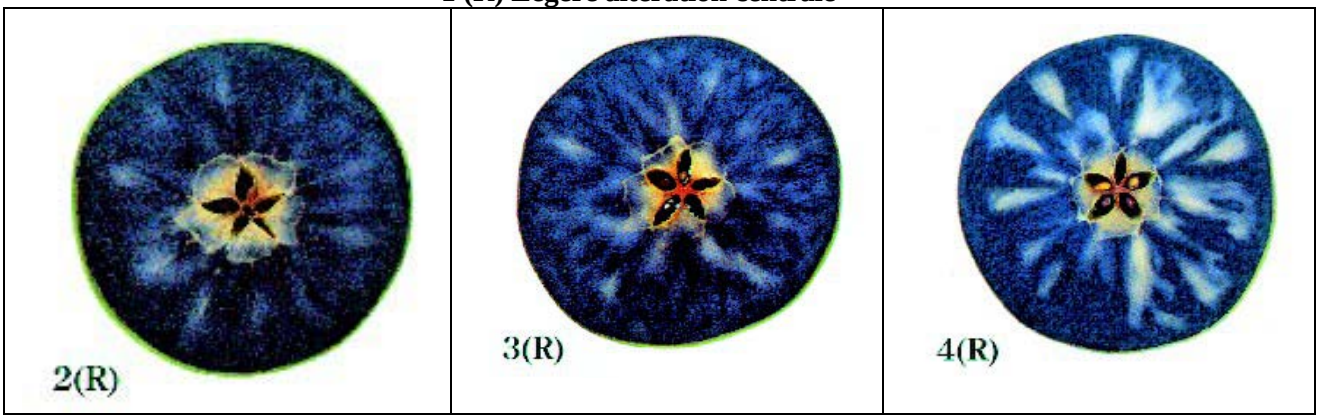
L'**iode** pur peut provoquer une sévère irritation du système respiratoire, de la peau et des yeux et le solide brûle la peau. Il est recommandé de porter des gants, des lunettes et des vêtements protecteurs durant les manipulations.

Ctifl	**Tableau d'équivalence amidon/stade de maturité pour les pommes**	OECD

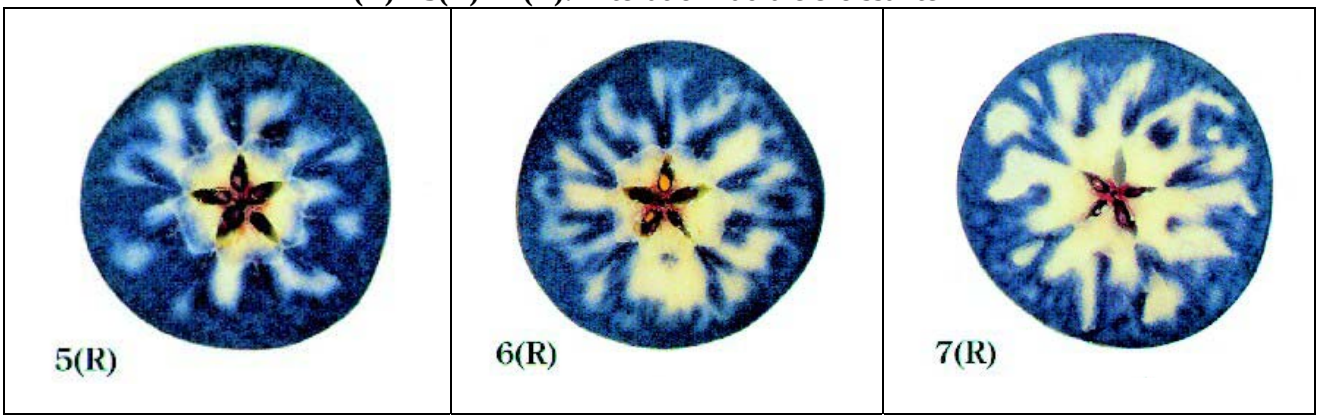
Type radial (R)



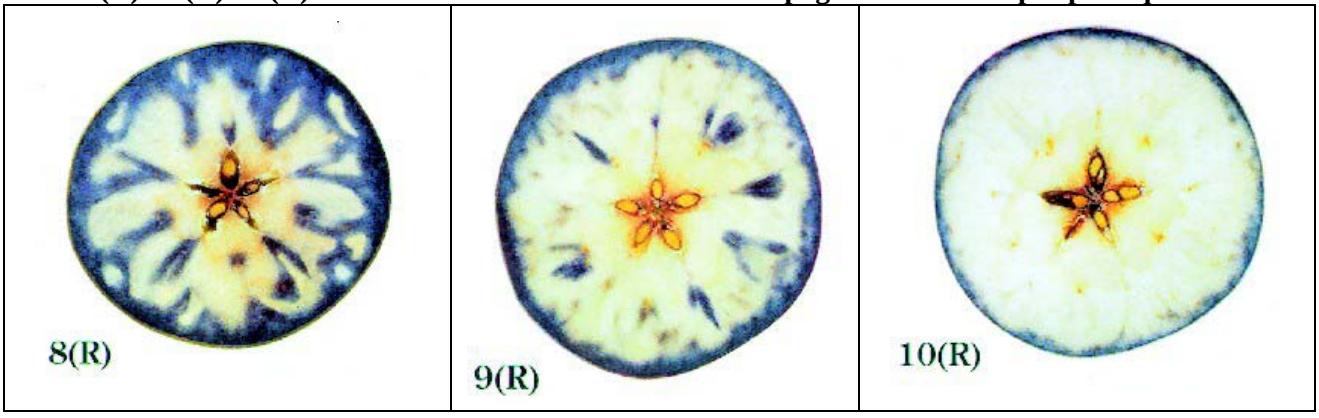
1 (R) Légère altération centrale



2(R) – 3(R) – 4(R): Altération radiale croissante



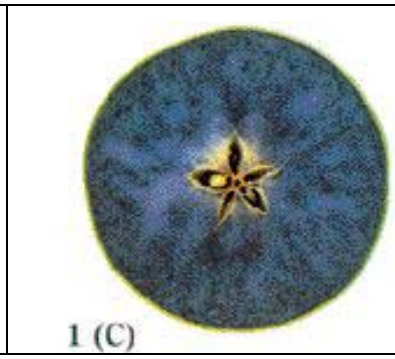
5(R) – 6(R) – 7(R): Altération centrale croissante accompagnée de fissures périphériques



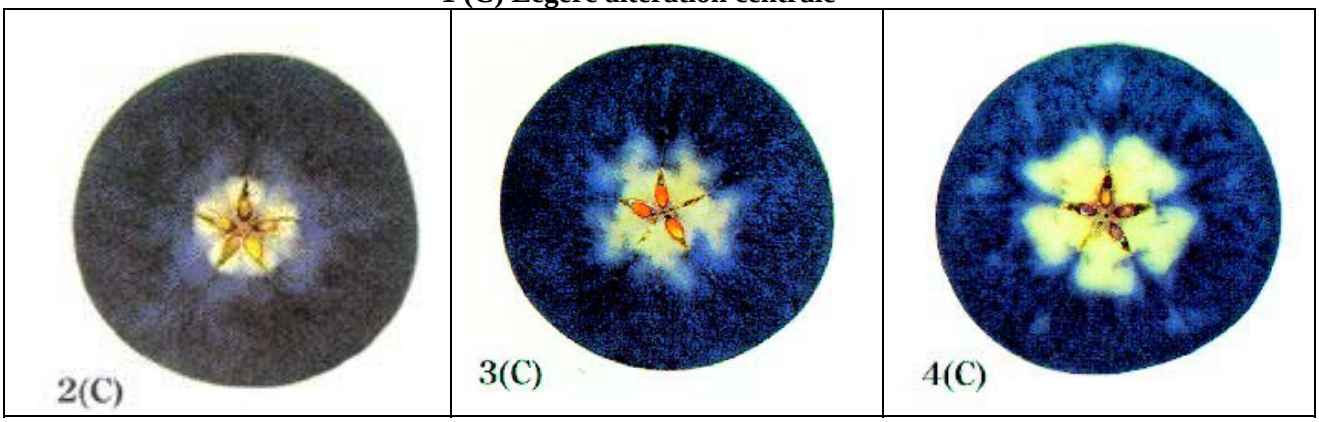
8(R) – 9(R) -10(R): Altération périphérique croissante

Ctifl	**Tableau d'équivalence amidon/stade de maturité pour les pommes**	OECD

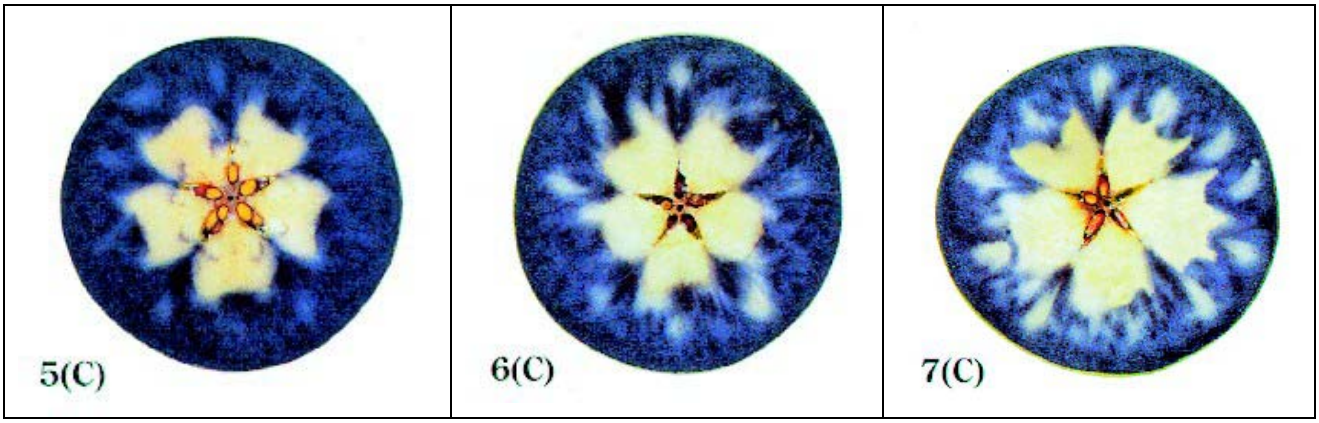
Type circulaire (C)



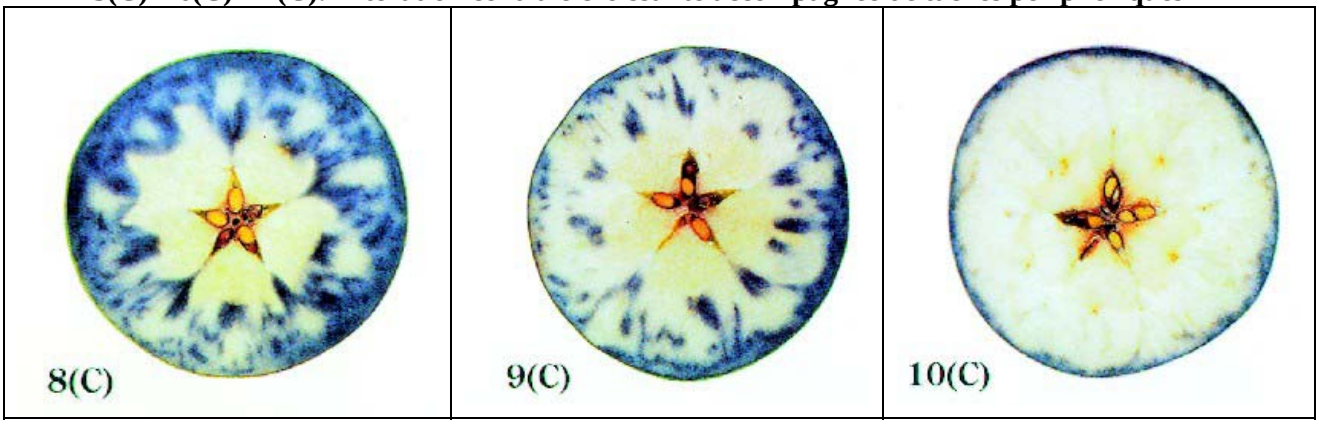
1 (C) Légère altération centrale



2(C) – 3(C) – 4(C): Altération centrale passant d'une forme de "pièce" à une forme de "trèfle à 5 feuilles"



5(C) – 6(C) – 7(C): Altération centrale croissante accompagnée de taches périphériques



8(C) – 9(C) -10(C): Altération périphérique croissante

DÉTERMINATION DE LA COULEUR DE L'ÉPIDERME À L'AIDE D'ÉCHELLES COLOROMÉTRIQUES

La couleur de l'épiderme d'un fruit est un bon indicateur de la maturation d'un fruit ou de l'uniformité de sa présentation.

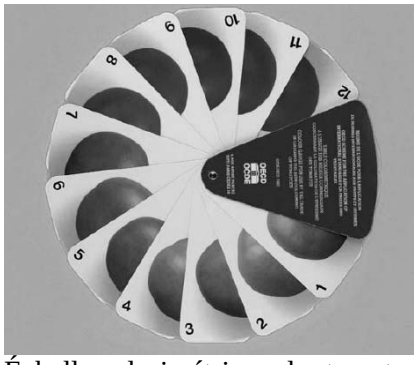
L'utilisation d'échelles colorimétriques permet de définir une gradation de couleurs ou une gamme de gradations de couleurs correspondant à un certain degré de maturité.

Pour obtenir un résultat objectif, différentes échelles colorimétriques sont élaborées.

Matériel requis

Le RÉGIME DE l'OCDE a élaboré des tables colorimétriques à usage des milieux commerciaux concernant la coloration de l'épiderme

- des pommes (Golden Delicious), et
- des tomates.



Échelle colorimétrique des tomates (ouvert)

Échelle colorimétrique des pommes

Note: Pour éviter une altération de la couleur, il faut éviter d'exposer de façon permanente les échelles colorimétriques à la lumière du jour. En cas d'altération, les échelles doivent être remplacées.

Échantillonnage

Pour évaluer le lot sélectionné pour le contrôle, prendre un échantillon d'au moins 10 fruits de chaque taille au hasard en différents endroits de l'échantillon réduit. Noter que les fruits doivent être exempts de défauts tels que des brûlures dues au soleil et des dommages causés par des insectes ou des maladies, qui pourraient avoir affecté le processus normal de maturation.

Mesure

La couleur des fruits (généralement, la couleur de fond de chaque fruit pris individuellement) sera comparée aux différentes gradations de couleur représentées sur l'échelle colorimétrique.

Les tests doivent être effectués à la lumière du jour ou sous une lumière blanche fluorescente.

Résultats

Noter le code de couleur qui correspond à la couleur de l'épiderme.

Si la couleur de l'épiderme du fruit se situe entre deux codes de couleur, noter les deux.

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU DES FRUITS SÉCHÉS

MÉTHODE 1 − MÉTHODE DE RÉFÉRENCE DE LABORATOIRE

1. Portée et champ d'application

La présente méthode de référence sert à déterminer la teneur en eau des fruits séchés tels qu'abricots, figues, prunes, dattes, raisins, pommes, poires, etc., séchés ou desséchés.

2. Référence

La présente méthode est basée sur la méthode prescrite par l'AOAC: AOAC Official Method 934.06 − Moisture in Dried Fruits.

3. Définition

Teneur en eau des fruits séchés: par convention, perte de masse mesurée dans des conditions d'essai précisées dans la méthode 934.06 de l'AOAC. La teneur en eau est exprimée en pourcentage de la masse (grammes pour 100 grammes).

4. Principe

Détermination de la teneur en eau d'une portion d'essai par dessiccation à 70 ± 1 °C pendant 6 heures dans une étuve sous une pression ≤ 100 mm Hg (13,3 kPa).

5. Appareils et produits (voir la méthode AOAC 934.06)

5.1 Balance d'analyse avec sensibilité de 1 mg ou meilleure.

5.2 Broyeur ou hachoir mécanique.

5.3 Capsule en métal résistant à la corrosion, munie d'un couvercle bien ajusté d'environ 8,5 cm de diamètre, permettant de répartir la portion d'essai à raison d'environ 0,2 g/cm^2 ou moins.

5.4 Étuve à vide à chauffage électrique munie d'une commande thermostatique permettant une régulation en fonctionnement normal à 70 ± 1 °C sous une pression ≤ 100 mm Hg (13,3 kPa).

5.6 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant efficace.

5.7 Bain de vapeur.

6. Mode opératoire

Se conformer aux conditions d'essai précisées dans la méthode 934.06 de l'AOAC: AOAC Official Method 934.06 for Moisture in Dried Fruits, avec les précisions complémentaires suivantes en ce qui concerne la préparation de l'échantillon à analyser:

Homogénéiser l'échantillon de laboratoire et prélever au moins 100 grammes de fruits séchés qui constitueront l'échantillon d'analyse. Pour les fruits à noyau non dénoyautés (abricots, prunes, pêches, dattes, etc.), retirer les noyaux et utiliser le reste comme échantillon d'analyse;

Râper ou hacher l'échantillon d'analyse jusqu'à l'obtention de particules fines, au moyen d'un broyeur ou d'un hachoir mécanique, sans surchauffer le produit, ou couper et râper à la main si nécessaire au moyen d'un couteau, de ciseaux, d'un mortier et d'un pilon ou d'un autre instrument semblable.

Utiliser 5,0 à 10 grammes du produit broyé ou haché comme portion d'essai. Mélanger à l'aide d'une spatule la portion d'essai avec environ 2 grammes de fibre de verre finement découpée ou de sable lavé et peser à 0,001 gramme près.

Si nécessaire, humidifier la portion d'essai et la fibre de verre ou le sable lavé, de quelques millilitres d'eau, mélanger intimement à l'aide de la spatule, et chauffer la capsule ouverte sur le bain de vapeur jusqu'à ce qu'elle soit presque sèche, puis terminer le séchage dans l'étuve à vide.

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon d'analyse.

7. Expression des résultats et rapport d'analyse

La teneur en eau, W, exprimée sous forme d'un pourcentage de la masse de l'échantillon (grammes par 100 grammes), est égale à:

$$W = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

où

M_0 est la masse, en grammes, de la capsule et du couvercle. [1, 2, 3]

M_1 est la masse, en grammes, de la capsule et du couvercle et de la portion d'essai avant séchage. [1, 2]

M_2 est la masse, en grammes, de la capsule et du couvercle et de la portion d'essai après séchage. [1, 2]

Le résultat doit être la moyenne arithmétique des deux déterminations, si la différence entre les résultats est inférieure à 0,2 %. Transcrire le résultat à une décimale près.

Le rapport d'analyse doit spécifier la méthode utilisée et les résultats obtenus. Il doit contenir tous les détails non précisés ou facultatifs des opérations, ainsi que les incidents susceptibles d'avoir influencé les résultats. Il doit contenir également tous les éléments d'information nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

8. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément, ou successivement sans perte de temps intermédiaire, par le même opérateur, utilisant le même matériel et dans le même laboratoire, ne doit pas être supérieure à 0,2 gramme d'eau pour 100 grammes d'échantillon.

---

[1] *Pesée à 0,001 gramme près.*

[2] *Éventuellement, avec la fibre de verre ou le sable lavé et la spatule.*

[3] *Après chauffage en étuve pendant 2 heures et refroidissement dans le dessiccateur*.

MÉTHODE 2: MÉTHODE RAPIDE

1. Portée et champ d'application

La présente méthode rapide permet de déterminer la teneur en eau des fruits séchés. [1]

2. Référence

La présente méthode est fondée sur la méthode prescrite par l'AOAC: AOAC Official Method 972.20 − Moisture in Prunes and Raisins (Moisture Meter Method). Elle est aussi utilisée couramment comme méthode non officielle de détermination de la teneur en eau d'autres types de fruits séchés.

3. Définition

Teneur en eau des fruits séchés: par convention, corrélation entre la teneur en eau et la conductance/température mesurées dans les conditions précisées dans la méthode officielle 972.20 de l'AOAC. La teneur en eau s'exprime en pourcentage de la masse (grammes par 100 grammes).

4. Principe

Détermination de la conductance et de la température d'une portion d'essai à l'aide du dispositif de mesure de l'humidité (moisture tester meter) et dans les conditions prescrites par la méthode 972.20 de l'AOAC. Le dispositif de mesure doit être étalonné selon la méthode de laboratoire pour chaque type de fruit séché, compte tenu de la variété ou du type commercial et du type de présentation (entier, dénoyauté, effilé, en cubes, etc.) et, si nécessaire, de l'année de la récolte et/ou de l'origine.

5. Matériel et produits (voir la méthode 972.20 de l'AOAC)

5.1 Dispositif de mesure d'humidité de type A.

5.2 Thermomètre (s'il n'est pas intégré au dispositif de mesure de l'humidité).

5.3 Broyeur ou hachoir mécanique.

6. Mode opératoire

Suivre les conditions d'essai précisées dans la méthode 972.20 de l'AOAC: AOAC Official Method 972.20 − Moisture in Prunes and Raisins (Moisture Meter Method).

Effectuer la détermination sur deux portions d'essai.

7. Expression des résultats et rapport d'analyse

7.1 Résultat

Le résultat doit être la moyenne arithmétique des deux déterminations. Transcrire le résultat à une décimale près.

---

[1] *Il est aussi possible d'employer d'autres méthodes rapides fondées sur des méthodes de différences de conductance, ou sur le principe de la perte de masse par chauffage au moyen d'un dispositif incluant une lampe halogène ou à infrarouge et une balance analytique intégrée, toujours à condition que la méthode et le dispositif soient étalonnés suivant la méthode de laboratoire.*

7.2 Rapport d’analyse

Le rapport d’analyse doit spécifier la méthode utilisée et les résultats obtenus. Le rapport doit contenir tous les éléments d’information nécessaires à l’identification complète de l’échantillon.

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU DES FRUITS SECS

MÉTHODE 1 – MÉTHODE DE RÉFÉRENCE DE LABORATOIRE

1. Portée et champ d'application

La présente méthode de référence sert à déterminer la teneur en eau et matières volatiles des fruits secs en coque et les fruits secs décortiqués (amandes ou cerneaux).

2. Référence

Cette méthode est basée sur la méthode prescrite par l'ISO: ISO 665-2000 Graines oléagineuses – Détermination de la teneur en eau et matières volatiles.

3. Définition

Teneur en eau et matières volatiles des fruits secs (en coque et décortiqués): la perte de masse est mesurée dans les conditions d'essai précisées dans la norme ISO 665-2000 pour les graines oléagineuses de grosseur moyenne (voir le point 7.3 de l'ISO 665-2000). La teneur en eau est exprimée sous forme d'une fraction, en pourcentage, de la masse de l'échantillon initial.

Pour les fruits en coque, quand la teneur en eau est exprimée à la fois sur le fruit en coque entier et sur l'amande ou cerneau, dans le cas de litige entre les deux valeurs, la valeur de la teneur en eau du fruit en coque entier primera.

4. Principe

Détermination de la teneur en eau et matières volatiles d'une fraction d'épreuve, par dessiccation à 103 ± 2 °C dans une étuve à la pression atmosphérique jusqu'à l'obtention d'une masse pratiquement constante.

5. Matériel et produits (voir l'ISO 665-2000 pour davantage de détails)

5.1 Balance d'analyse avec sensibilité de 1 mg ou meilleure.

5.2 Broyeur mécanique.

5.3 Tamis à trous ronds de 3 mm.

5.4 Capsules en verre, porcelaine ou métal non corrosif, munies de couvercles bien ajustés, permettant de répartir la fraction d'épreuve à raison de 0,2 g/cm^2 environ (hauteur approximative 5 mm).

5.5 Étuve électrique, à contrôle thermostatique, réglable de façon que la température soit comprise, en régime normal, entre 101 et 105 °C.

5.6 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant efficace.

6. Mode opératoire

Se conformer aux conditions d'essai précisées dans l'ISO 665-2000 pour les graines oléagineuses de grosseur moyenne (points 7 et 7.3 de l'ISO 665-2000), mais en tenant compte des modifications spécifiques ci-après, concernant la préparation de l'échantillon utilisé pour l'essai.

Même si ISO 665-2000 établit une période initiale de 3 heures dans l'étuve réglée à 103 ± 2 °C, pour les fruits secs il est recommandé une période initiale de 6 heures.

6.a Détermination de la teneur en eau et matières volatiles sur les amandes ou cerneaux:

Pour les fruits secs décortiqués, homogénéiser l'échantillon de laboratoire et prendre au moins 100 g d'amandes en tant qu'échantillon à analyser.

Pour les fruits secs en coque, prendre au moins 200 g de fruits et les débarrasser de leur coque ainsi que des fragments ou particules de coque à l'aide d'un casse-noix ou d'un marteau; utiliser le reste comme échantillon à analyser. La peau (cuticule ou spermoderme) de l'amande fait partie de l'échantillon.

Broyer et tamiser l'échantillon jusqu'à obtention de fragments ne dépassant pas 3 mm. Pendant le broyage, il faut veiller à éviter la production de pâte (farine huileuse), la surchauffe de l'échantillon et la perte résultante d'eau (avec un hachoir mécanique par exemple, le broyage et le tamisage doivent se faire par des opérations successives de très courtes durées).

Répartir de façon uniforme sur le fond de la capsule environ 10 g du produit broyé en tant que fraction d'épreuve, remettre le couvercle et peser l'ensemble. Effectuer deux déterminations sur le même échantillon.

6.b Détermination de la teneur en eau et matières volatiles sur des fruits secs en coque entières (coque plus amande):

Débarrasser l'échantillon de toutes les matières étrangères (poussière, étiquettes autocollantes, etc.). Homogénéiser l'échantillon de laboratoire et prélever au moins 200 g de fruits secs en coque en tant qu'échantillon à analyser.

Broyer les fruits entiers au moyen d'un broyeur Rass, Romer, Brabender ou similaire sans surchauffer le produit.

Répartir de façon uniforme sur le fond de la capsule environ 15 g du produit broyé en tant que fraction d'épreuve, remettre le couvercle et peser l'ensemble. Effectuer deux déterminations sur le même échantillon.

7. Expression des résultats et rapport d'analyse

Suivre toutes les instructions précisées dans l'ISO 665-2000 (points 9 et 11) en ce qui concerne la méthode de calcul et les formules, la répétabilité, et l'expression des résultats sans aucune modification [1].

8 Précision

En ce qui concerne les conditions de répétabilité et de reproductibilité, appliquer les prescriptions de la norme ISO 665-2000 (points 10.2 et 10.3) pour les graines de soja.

[1] *Les principaux points spécifiés sont les suivants:*

- *La teneur en eau et matières volatiles est exprimée sous forme de fraction, en pourcentage, de la masse de l'échantillon initial.*
- *Le résultat est la moyenne arithmétique des deux déterminations; la différence entre les deux déterminations ne devrait pas dépasser 0,2 % (fraction de la masse).*
- *Les résultats sont transcrits à une décimale près.*

MÉTHODE 2 – MÉTHODE RAPIDE

1. Principe

Détermination de la teneur en eau au moyen d'un appareil de mesure basé sur le principe de la perte de masse par chauffage. L'appareil doit être muni d'une lampe halogène ou à infrarouge, avec balance d'analyse intégrée, étalonnée conformément à la méthode de laboratoire.

L'utilisation d'appareils basés sur le principe de conductivité ou résistance électrique, comme les humidimètres et similaires, est aussi autorisée toujours à condition que l'appareil soit calibré selon la méthode de référence de laboratoire pour le produit testé.

2. Matériel et produits

2.1 Broyeur mécanique ou hachoir à aliments.

2.2 Tamis à trous ronds de 3 mm (sauf indication contraire dans le mode d'emploi de l'appareil).

2.3 Lampe halogène ou à infrarouge, avec balance d'analyse intégrée avec sensibilité de 1 mg ou meilleure.

3. Mode opératoire

3.1 Préparation de l'échantillon à analyser

Suivre les instructions données pour les méthodes de laboratoire (points 6.a et 6.b) sauf indication contraire dans le mode d'emploi de l'appareil, en ce qui concerne notamment le diamètre des fragments.

3.2 Détermination de la teneur en eau

Procéder à la détermination sur deux fractions d'épreuve d'environ 5 à 10 g chacune, sauf indication contraire dans le mode d'emploi de l'appareil.

Répartir la fraction d'épreuve dans le fond du récipient d'essai, soigneusement nettoyé au préalable, et prendre note du poids de la fraction d'épreuve, calculé au milligramme près.

Suivre la procédure indiquée dans le mode d'emploi de l'appareil pour le produit analysé, notamment en ce qui concerne l'ajustement des températures, la durée de l'essai et l'enregistrement des lectures de poids.

4. Expression des résultats

4.1 Résultat

Le résultat doit être la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions de répétitivité (4.2) sont respectées. Transcrire le résultat à une décimale près.

4.2 Répétabilité

La différence en valeur absolue entre les résultats respectifs de deux déterminations effectuées simultanément ou successivement sans perte de temps intermédiaire, par le même opérateur et dans les mêmes conditions sur un matériel d'analyse identique, ne doit pas dépasser 0,2 %.

5. Rapport d'analyse

Le rapport d'analyse doit spécifier la méthode utilisée et les résultats obtenus. Le rapport doit contenir tous les éléments d'information nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

LISTE DE NORMES AVEC DES PARAMÈTRES MINIMUM/MAXIMUM SPÉCIFIQUES :

Situation en 2005

Produit	**Document CEE/ONU n°**	**Paramètre**	**CEE/ONU**
Pommes	FV 50	°Brix	en cours de discussion
		fermeté (pénétromètre)	en cours de discussion
Avocats	FV 42	teneur en matière sèche	x
Kiwis	FV 46	°Brix	x
		teneur en matière sèche	x
Melons	FV 23	°Brix	x
Pêches et nectarines	FV 26	°Brix	x
		fermeté (pénétromètre)	x
Raisins de table	FV 19	°Brix	x
		rapport sucres/acidité	en cours de discussion
Pastèques	FV 37	°Brix	x
Agrumes	FV 14	teneur en jus	x
		teneur en sucre	x
		matière sèche soluble (TSS)	x
Produits secs	DF …	Teneur en humidité	x
Produits séchés	DF …	Teneur en humidité	x

.